

PAT-NO:

JP02001240844A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001240844 A

TITLE: SEALING MATERIAL COMPOSITION HAVING GOOD  
JOINTING  
PROPERTY

PUBN-DATE: September 4, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
ITO, MASAHIRO	N/A
JO, RENRIYU	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SUNSTAR ENG INC	N/A

APPL-NO: JP2000055661

APPL-DATE: March 1, 2000

INT-CL (IPC): C09K003/10, C08G018/83 , C08K003/00 , C08K005/00 , C08L075/04

ABSTRACT:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a one liquid type pr two liquid type sealing material composition useful as a substitute for a polysulfide-based sealing material that has been widely for jointing work from the application in a factory to the application at a construction site.

**SOLUTION:** This one liquid type sealing material composition is characterized by using a castor oil-based silage-modified urethane prepolymer obtained by reacting a castor oil-based terminal isocyanate group-containing urethane prepolymer obtained by the reaction of a polyol containing the castor oil-based

polyol at least in part with excess polyisocyanate compound, with a mercaptoalkoxysilane; and the two-liquid type sealing composition is characterized in consisting of a main agent component of a silane-modified urethane prepolymer obtained by reacting a terminal isocyanate group-containing urethane prepolymer with a mercaptoalkoxysilane, and a curing agent component consisting of a polyol containing a castor oil-based polyol at least in a part and a curing-accelerating catalyst.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-240844  
(P2001-240844A)

(43) 公開日 平成13年9月4日 (2001.9.4)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 9 K 3/10		C 0 9 K 3/10	D 4 H 0 1 7
C 0 8 G 18/83		C 0 8 G 18/83	4 J 0 0 2
C 0 8 K 3/00		C 0 8 K 3/00	4 J 0 3 4
5/00		5/00	
C 0 8 L 75/04		C 0 8 L 75/04	
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-55661 (P2000-55661)

(22) 出願日 平成12年3月1日 (2000.3.1)

(71) 出願人 390008866

サンスター技研株式会社  
大阪府高槻市明田町7番1号

(72) 発明者 伊藤 正比呂

大阪府高槻市明田町7番1号 サンスター  
技研株式会社内

(72) 発明者 徐 連龍

大阪府高槻市明田町7番1号 サンスター  
技研株式会社内

(74) 代理人 100062144

弁理士 青山 稔 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 打ち継ぎ性良好なシーリング材組成物

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、工場内施工から現場施工への打ち継ぎに多用されていたポリサルファイド系シーリング材の代替物として有用な一液型または二液型のシーリング材組成物を提供する。

【解決手段】 本発明の一液型シーリング材組成物は、少なくとも一部にひまし油系ポリオールを含むポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物との反応によって得られるひまし油系末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーに、メルカプトアルコキシシランを反応させて得られるひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーの使用を特徴とし；また二液型シーリング材組成物は、末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーにメルカプトアルコキシシランを反応させて得られるシラン変成ウレタンプレポリマーの主剤成分と、少なくとも一部にひまし油系ポリオールを含むポリオールと硬化促進触媒の硬化剤成分から成ることを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一部にひまし油系ポリオールを含むポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物との反応によって得られるひまし油系末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーに対し、その末端イソシアネート基の一部にメルカプトアルコキシシランを反応させて得られるひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーに、充填剤、可塑剤、溶剤および硬化促進触媒を配合したことを特徴とする一液型シーリング材組成物。

【請求項2】 ポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物との反応によって得られる末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーに対し、その末端イソシアネート基の一部にメルカプトアルコキシシランを反応させて得られるシラン変成ウレタンプレポリマーからなる主剤成分と、

少なくとも一部にひまし油系ポリオールを含むポリオール、充填剤、可塑剤、溶剤および硬化促進触媒からなる硬化剤成分から成ることを特徴とする二液型シーリング材組成物。

【請求項3】 ポリオール中のひまし油系ポリオールの占める割合が、10～100重量%である請求項1または2に記載のシーリング材組成物。

【請求項4】 シラン変成ウレタンプレポリマーの合成に際し、末端イソシアネート基の0.5～30重量%にメルカプトアルコキシシランを反応させる請求項1乃至3のいずれか1つに記載のシーリング材組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は打ち継ぎ性良好なシーリング材組成物、更に詳しくは、特に土木、建築のシーリング施工に際し、従来より工場内施工から現場施工への打ち継ぎに多用されていたポリサルファイド系シーリング材の代替物として有用な一液型または二液型のシーリング材組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】土木、建築のシーリング施工において、目地は必要な目地深さを確保できる構造でなければならないが、アルミニウム合金押出し型材の立方ジョイント、無目ジョイントや金属笠木、ガラス、ボード類などでは、止むを得ない小口面積となり、必要な目地深さが得られないときがあり、このような場合にも、十分な接着面積を確保する目地構造とするために、工場内施工から現場施工への打ち継ぎをしなければならない。本来、異種のシーリング材間での打ち継ぎは望ましくないが、適材適所に基き選定されたシーリング材間や、工場内施工と現場施工のシーリング材間で止むを得ず、異種シーリング材の打ち継ぎが生じる場合がある。

【0003】従来より、かかる打ち継ぎに際し、現場施工ではシリコン系、変成シリコン系、ポリイソブチ

レン系、ポリウレタン系、ポリサルファイド系のシーリング材が用いられ、これに対し、工場内施工では、前者の現場施工用シーリング材全般との接着性（打ち継ぎ性）が良いという理由から、ポリサルファイド系シーリング材が多用されてきた。しかしながら、このポリサルファイド系シーリング材には、硬化剤として酸化鉛が使用されており、最近とみに問題視されてきた環境汚染や毒性の観点から、上記酸化鉛を用いないシーリング材が望まれている。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者らは、かかる工場内施工用のポリサルファイド系シーリング材の代替物について鋭意研究を進めたところ、いわゆるポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物との反応により得られる末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーに着目し、これにメルカプトアルコキシシランを反応させて、加水分解性のアルコキシシリル基を導入せしめ（いわゆるシラン変性ウレタンプレポリマーを得る）、かつ上記ポリオールの少なくとも一部にひまし油系ポリオールを用いたことにより得られるひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーに、通常の添加成分を配合して一液型とするか；あるいは主剤として上記シラン変性ウレタンプレポリマーと、硬化剤としてポリオールとの組合せにおいて、該ポリオールの少なくとも一部にひまし油系ポリオールを用いた二液型とすれば、特に上記メルカプトアルコキシシランによるシラン変成によって、現場施工に用いるシリコン系、変性シリコン系、ポリサルファイド系との打ち継ぎ性が改善され、また上記ひまし油系ポリオールの使用によって、現場施工のシリコン系、ポリイソブチレン系との打ち継ぎ性が向上もしくは改善されることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0005】すなわち、本発明は、（1）少なくとも一部にひまし油系ポリオールを含むポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物との反応によって得られるひまし油系末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーに対し、その末端イソシアネート基の一部にメルカプトアルコキシシランを反応させて得られるひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーに、充填剤、可塑剤、溶剤および硬化促進触媒を配合したことを特徴とする一液型シーリング材組成物；並びに（2）ポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物との反応によって得られる末端イソシアネート基含有ウレタンプレポリマーに対し、その末端イソシアネート基の一部にメルカプトアルコキシシランを反応させて得られるシラン変成ウレタンプレポリマーからなる主剤成分と、少なくとも一部にひまし油系ポリオールを含むポリオール、充填剤、可塑剤、溶剤および硬化促進触媒からなる硬化剤成分から成ることを特徴とする二液型シーリング材組成物を提供するものである。

【0006】本発明における上記シラン変成ウレタンプレポリマーは、以下の手順に従って製造することができる。まず、ポリオールと過剰のポリイソシアネート化合物を反応させて、末端イソシアネート基(NCO)含有ウレタンプレポリマー〔通常、NCO含有量は0.5～5% (重量%、以下同様)〕を得る〔第1段反応〕。次に、この末端NCO含有ウレタンプレポリマーの末端NCOの一部(通常、0.5～30%)にメルカプトアルコキシシランを反応させて、加水分解性のアルコキシシリル基を導入することにより、シラン変成ウレタンプレポリマーが得られる〔第2段反応〕。

【0007】上記ポリオールとしては、たとえばエチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、グリセリン、1,2,6-ヘキサントリオール、1,1,1-トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、ソルビット、ショ糖などの分子中に少なくとも2個の活性水素基含有化合物にアルキレンオキサイドを付加重合して得られるポリエーテルポリオール；その他ポリテトラメチレングリコール(PTMG)；ポリエステルポリオール；ポリブタジエン系ポリオール；アクリルポリオール；ポリオレフィン系ポリオール等が挙げられる。

【0008】上記ポリイソシアネート化合物としては、たとえば2,4-もしくは2,6-トルイレンジイソシアネートまたはこれらの混合物、粗製トルイレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)もしくは2,4'-MDIまたはこれらの混合物、粗製ジフェニルメタンジイソシアネート、カルボジド変性ジフェニルメタンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、イソフォロンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等が挙げられる。

【0009】上記メルカプトアルコキシシランとしては、たとえばメルカプトトリメトキシシラン、メルカプトジメトキシメチルシラン、メルカプトトリエトキシシラン、メルカプトジエトキシメチルシラン等が挙げられる。

【0010】本発明における上記ひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーは、上記シラン変成ウレタンプレポリマーの製造法において、末端NCO含有ウレタンプレポリマーの合成に用いるポリオールの少なくとも一部(通常、10～100%)にひまし油系ポリオールを含\*

\*ませる以外は、同様に第1段反応および第2段反応を行うことによって製造することができる。この場合に用いるひまし油系ポリオールとしては、たとえば天然化合物であって一般的に分子量約1000程度および官能基数2～3のもの、あるいはその誘導体(アルキレンオキサイド付加重合物など)が挙げられる。

【0011】本発明における充填剤としては、たとえば炭酸カルシウム、表面処理炭酸カルシウム、パーライト、クレー、タルク、硫酸バリウム、カーボンブラック、塩化ビニル樹脂、バルーン、シリカ等が挙げられる。使用量は通常、ひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーもしくはシラン変成ウレタンプレポリマー100部(重量部、以下同様)に対して100～300部の範囲で選定すればよい。

【0012】本発明における可塑剤としては、通常用いられるフタル酸エステル(フタル酸イソノニルなど)や脂肪酸エステル、その他ポリエステル系等の汎用可塑剤が；また溶剤としては、たとえばキシレン、トルエン、酢酸エチル、酢酸ブチル等が挙げられる。

【0013】本発明における硬化促進触媒としては、たとえばブチルチンジラウレート、スタナスオクテート、アセト酢酸スズ、ビスマスオクテート、ネオデカン酸ビスマスなどの有機重金属化合物；トリエチレンジアミン、N-アルキルモルホリン、N-アルキルピペラジンなどの三級アミン等が挙げられる。使用量は通常、シーリング材組成物全量中0.1～5%の範囲で選定すればよい。

【0014】本発明に係る一液型シーリング材組成物は、上記ひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーに、充填剤、可塑剤、溶剤および硬化促進触媒を配合した系で構成される。本発明に係る二液型シーリング材組成物は、上記シラン変成ウレタンプレポリマーからなる主剤成分と、上記ひまし油系ポリオール(ここでのポリオールは、前記末端NCO含有ウレタンプレポリマーの合成に用いるポリオールの具体例から適宜に選択しうる)、充填剤、可塑剤、溶剤および硬化促進触媒からなる硬化剤成分の二液で構成される。この場合、主剤成分の中にひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーを適量添加してもよい。

【0015】なお、かかる本発明シーリング材組成物の実際の使用に際して、全配合成分の好適な配合比率(%)を以下に列挙する。

一液型	%
ひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマー	15～35
充填剤	30～60
可塑剤	5～20
溶剤	0～5
硬化促進触媒	0.1～3
二液型	%

5

6

主剤成分：

シラン変成ウレタンプレポリマー

15～35

硬化剤成分：

ポリオール（ひまし油系ポリオールを含む）

20～40

充填剤

40～60

可塑剤

0～40

溶剤

0～5

硬化促進触媒

0.1～3

かかる配合成分以外にも、必要に応じて通常の老化防止剤や着色剤（酸化チタン、有機もしくは無機顔料など）、揺変剤（微粉末シリカなど）を適量配合してもよい。

【0016】

【実施例】次に実施例および比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明する。

実施例1

(1) シラン変成ウレタンプレポリマーの合成

末端NCO含有ウレタンプレポリマー〔武田薬品工業(株)製、「タケネートL-1032」、NCO含有量2.95%、粘度9800cps/23℃〕1000gを、セパラブルフラスコに窒素充填しながら投入する。オイルバスにて昇温を開始し、50～55℃に調整する。滴下ロートでメルカプトジメチルシラン20gを約30分かけて添加する。上記温度で24時間反応させて（反応終点はNCO%の低減量により確認）、粘度12800cps/20℃、NCO含有量2.48%の黄色透明液体のシラン変成ウレタンプレポリマーを得る。

【0017】(2) 二液型シーリング材組成物の調製

主剤成分：上記(1)のシラン変成ウレタンプレポリマー1000g

硬化剤成分：ポリオールとしてOH価24のポリプロピレングリコール〔旭硝子工業(株)製、「EL851」〕520gとOH価168のひまし油系ポリオール〔伊藤製油(株)製、「ユーリッヒH30」80g

充填剤として表面処理炭酸カルシウム1000gと重質炭酸カルシウム500g

溶剤としてキシレン60g

可塑剤としてフタル酸イソノニル450g

硬化促進触媒としてネオデカン酸ビスマス5g

上記成分をそれぞれ計量し、主剤成分/硬化剤成分＝1：3（重量比）の割合でプラネタリアミキサーにて10分間脱泡攪拌して、シーリング材組成物を得る。

【0018】比較例1

実施例1の二液型において、主剤成分として武田薬品工業(株)製の「タケネートL-1032」を用い、かつ硬化剤成分中のポリオールとしてひまし油系ポリオールを省略する以外は、同様にしてシーリング材組成物を調製する。

比較例2

\* 実施例1の二液型において、硬化剤成分中のポリオールとしてひまし油系ポリオールを省略する以外は、同様にしてシーリング材組成物を調製する。

比較例3

実施例1の二液型において、主剤成分として武田薬品工業(株)製の「タケネートL-1032」を用いる以外は、同様にしてシーリング材組成物を調製する。

【0019】性能試験

i) 標準アルミニウム被着体表面を溶剤によりワイプし、ワイプ後プライマーを塗布する。

ii) 該塗布面に、上記調製した実施例1または比較例1～3の二液型シーリング材組成物を3mm厚となるように均一に塗布し、20℃、60%RHで168時間硬化放置する。

iii) 次に下記の打ち継ぎ用シーリング材（全てサンスター技研(株)製のペンギンシールシリーズ品）を打ち継ぐが、その前にそれぞれの専用プライマーを塗布してから、JIS A1439に準じるH型引張試験片になるように、該シーリング材を打ち継ぎ塗布する。

打ち継ぎ用シーリング材

シリコン系二液型シーリング材（「ペンギンシール#2520」）

シリコン系一液型シーリング材（「同#2505」）  
変成シリコン系二液型シーリング材（「同#2500」）

ポリイソブチレン系二液型シーリング材（「同#7000」）

ポリサルファイド系二液型シーリング材（「同#169」）

ポリウレタン系二液型シーリング材（「同#9000」）

【0020】iv) JIS A1439に基づくH型引張試験片を20℃、60%RHで168時間硬化放置したものを、打ち継ぎ性試験片とし、引張試験（速度50mm/分）により、接着性、接着破壊強度、破壊伸びを測定する。結果を下記表1、2に示す。なお、表2中、CF：打ち継ぎ用シーリング材の凝集破壊  
AF：打ち継ぎ用シーリング材の界面破壊  
CF/AF：混合破壊を示す。

【0021】

\* 50 【表1】

表1

	M50 (kg/cm <sup>2</sup> )				Tmax (kg/cm <sup>2</sup> )			
	実施例	比較例			実施例	比較例		
		1	2	3		1	2	3
#2520	1.1	1.1	1.1	1.1	6.0	2.0	5.8	3.9
#2505	2.4	1.0	2.1	2.1	5.8	2.1	6.4	4.8
#2500	1.6	1.0	1.5	未実施	5.9	2.8	5.1	未実施
#7000	1.5	0.8	0.8	1.4	5.5	1.9	2.2	5.9
# 169	1.6	1.3	1.4	1.4	6.0	3.8	6.1	6.1
#9000	1.1	1.1	1.1	1.1	7.9	7.3	7.1	7.3

【表2】

表2

	Emax (%)				破壊状態			
	実施例	比較例			実施例	比較例		
		1	2	3		1	2	3
#2520	1300	200	900	670	CF	AF	CF	CF/AF (40/60)
#2505	300	150	280	250	CF	AF	CF	CF/AF (60/40)
#2500	750	380	680	未実施	CF	AF	CF	未実施
#7000	415	250	340	730	CF	AF	CF/AF (30/70)	CF
# 169	890	480	580	800	CF	CF/AF (20/80)	CF/AF (50/50)	CF
#9000	800	690	780	815	CF	CF	CF	CF

## 【0022】実施例2

分子量3000、官能基数2のポリオキシプロピレングリコール500gとOH価168のひまし油系ポリオール（「ユーリッヒH30」）200gの混合物に、トリレンジイソシアネート（TDI）132gを加え、80℃で3時間反応させて、粘度28000cps/20℃、NCO含有量2.95%のひまし油系末端NCO含有ウレタンプレポリマー（透明液体）を得、次いでこれにメルカプトジメチルシラン16.6gを30分かけて滴下終了させ、80℃で24時間反応させて、粘度31000cps/20℃、NCO含有量2.50\*

\*%のひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーを得る。次に、かかるひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーに、可塑剤としてフタル酸イソノニル500gを加え、混合攪拌した後、充填剤として120℃で予め減圧乾燥した表面処理炭酸カルシウム1000gと同様に乾燥した重質炭酸カルシウム500gを加え、さらに混合攪拌し、次いで脂肪族系溶剤100gおよび硬化触媒を加え、一液型シーリング材組成物を調製し、前記実施例1と同様な性能試験に供し、結果を表3に示す。

## 【0023】

【表3】表3

	M50 (kg/cm <sup>2</sup> )	Tmax (kg/cm <sup>2</sup> )	E max. (%)	破壊状態
#2520	1.0	5.3	1100	CF
#2505	2.3	5.9	300	CF
#2500	1.6	5.9	615	CF
#7000	1.3	4.6	400	CF
#169	1.1	5.1	725	CF
#9000	1.3	9.1	800	CF

## 【0024】実施例3

実施例1/(1)で製造した粘度12800cps/20℃、NCO含有量2.48%のシラン変成ウレタンプレポリマー1000gをプラネタリアミキサーに入れ、これにひまし油系ホリオール(「ユーリッヒH30」)100gを加え、80℃に加熱し、3時間反応させて、粘度48000cps/20℃、NCO含有量1.3%のひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーを得る。次に、かかるひまし油系シラン変成ウレタンプレポリマーに、実施例2と同様に可塑剤、充填剤、脂肪族系溶剤および硬化触媒を配合して、一液型シーリング材組成物とし、さらに前記実施例1と同様な性能試験に供し、結果を表4、5に示す。

## 【0025】比較例4

末端NCO含有ウレタンプレポリマー(「タケネートL-1032」)1000gをプラネタリアミキサーに入れ、これにひまし油系ホリオール(「ユーリッヒH30」)

\*0)100gを加え、80℃に加熱し、3時間反応させて、粘度30000cps、NCO含有量1.72%のひまし油系ウレタンプレポリマーを得る。次に、かかるひまし油系ウレタンプレポリマーに、実施例2と同様に可塑剤、充填剤、脂肪族系溶剤および硬化触媒を配合して、一液型シーリング材組成物とし、さらに前記実施例1と同様な性能試験に供し、結果を表4、5に示す。

## 【0026】比較例5

実施例1/(1)で製造した粘度12800cps、NCO含有量2.48%のシラン変成ウレタンプレポリマー1000gに、実施例2と同様に可塑剤、充填剤、脂肪族系溶剤および硬化触媒を配合して、一液型シーリング材組成物とし、さらに前記実施例1と同様な性能試験に供し、結果を表4、5に示す。

## 【0027】

## 【表4】表4

	M50(kg/cm <sup>2</sup> )			Tmax(kg/cm <sup>2</sup> )		
	実施例 3	比較例		実施例 3	比較例	
		4	5		4	5
#2520	1.1	1.2	1.0	6.0	2.7	8.8
#2505	2.2	1.0	2.0	5.7	2.2	4.4
#2500	1.7	1.1	1.5	5.8	2.7	5.1
#7000	1.3	0.7	0.9	4.3	1.7	2.3
#169	1.4	1.1	1.4	5.1	5.2	5.1
#9000	1.3	1.0	1.1	8.6	7.7	7.0

## 【表5】表5



11

	E max(%)			破壊状態		
	実施例	比較例		実施例	比較例	
		3	4		5	3
#2520	1250	350	600	CF	AF	CF/AF (35/65)
#2505	300	145	250	CF	AF	(40/60)
#2500	615	370	580	CF	AF	(50/50)
#7000	400	250	380	CF	AF	(30/70)
# 169	725	450	520	CF	CF/AF (30/70)	(50/50)
#9000	800	715	700	CF	CF	CF

---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4H017 AA03 AA25 AA31 AB05 AB06  
AC01 AC05 AC16 AD05 AE03  
4J002 CK021 DA036 DE236 DG046  
DJ016 DJ036 EH147 EU138  
EU238 EZ008 EZ018 FD016  
FD027 FD158 GJ02  
4J034 BA08 CA01 CA04 CA05 DF01  
DG00 DG14 DP18 DP19 EA07  
EA12 HA06 HA07 HC03 HC12  
HC22 HC71 JA01 KA01 LA05  
LA12 LA32 MA01 MA11 QB12  
QB13 RA08

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention is struck and relates to the sealing material constituent of a sealing material constituent with good splice nature, a 1 liquid type useful as a polysulfide system sealing material's alternative from the construction in works to site operation which struck and was used abundantly at the splice, or a 2 liquid type from before on the occasion of engineering works and sealing construction of a building especially in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] Although a joint must be the structure where the required joint depth is securable, in engineering works and sealing construction of a building the cube fastener of an aluminium alloy extruded shape, and a transom -- with a joint metallurgy group coping, glass, and boards in order to consider as the joint structure of becoming an unavoidable petty area, and the required joint depth not being obtained, and securing sufficient adhesion area also in such a case -- the site operation from the construction in works -- it must strike and a splice must be carried out. Originally, although it strikes and a splice is not desirable, between the sealing materials between sealing materials of a different kind selected based on the right man in the right place, and among the sealing materials of the construction in works, and site operation, unavoidably, a different-species sealing material may strike and a splice may arise.

[0003] Conventionally, since [ starting ] it strikes, and the sealing material of a silicone system, a conversion silicone system, a polyisobutylene system, a polyurethane system, and a polysulfide system is used by site operation on the occasion of a splice, on the other hand the adhesive property (striking splice nature) of a sealing material at large [ former / for site operation ] says that it is good in the construction in works, the polysulfide system sealing material has been used abundantly. However, lead oxide is used for this polysulfide system sealing material as a curing agent, and he is expected the sealing material which does not use the above-mentioned lead oxide from the environmental pollution regarded as questionable suddenly recently or a toxic viewpoint.

[0004]

[Means for Solving the Problem] Then, the place where this invention persons advanced research wholeheartedly about the alternative of the polysulfide system sealing material for this construction in works, Its attention is paid to the end isocyanate radical content urethane prepolymer obtained by the reaction of the so-called polyol and the superfluous poly isocyanate compound. Make mercapto alkoxysilane react to this and the alkoxy silyl radical of hydrolysis nature is made to introduce (the so-called silane denaturation urethane prepolymer is obtained). To and the castor oil system silane conversion UTAREN prepolymer obtained by having used castor oil system polyol for a part of above-mentioned polyol [ at least ] Blend the usual addition component, and consider as a 1 liquid type, or it sets about combination with polyol as the above-mentioned silane denaturation urethane prepolymer and a curing agent as; or base resin. If it considers as the 2 liquid type which used castor oil system polyol for this a part of polyol [ at least ] It strikes with the silane conversion especially by the above-

mentioned mercapto alkoxysilane as the silicone system used for site operation, a denaturation silicone system, and a polysulfide system, and splice nature is improved. By moreover, the activity of the above-mentioned castor oil system polyol It came to complete a header and this invention for the thing with the silicone system of site operation, and a polyisobutylene system for which it strikes, and splice nature is improved or improved.

[0005] Namely, this invention receives the castor oil system end isocyanate radical content urethane prepolymer obtained by the reaction of the polyol which contains castor oil system polyol at least in (1) part, and the superfluous poly isocyanate compound. To the castor oil system silane conversion urethane prepolymer which mercapto alkoxysilane is made to react to a part of the end isocyanate radical, and is obtained The 1 liquid type sealing material constituent characterized by blending a bulking agent, a plasticizer, a solvent, and a hardening accelerator catalyst; As opposed to the end isocyanate radical content urethane prepolymer obtained by the list by the reaction of (2) polyols and the superfluous poly isocyanate compound The base resin component which consists of a silane conversion urethane prepolymer which mercapto alkoxysilane is made to react to a part of the end isocyanate radical, and is obtained, The 2 liquid type sealing material constituent characterized by changing from the curing agent component which consists of the polyol containing castor oil system polyol, a bulking agent, a plasticizer, a solvent, and a hardening accelerator catalyst to at least a part is offered.

[0006] The above-mentioned silane conversion urethane prepolymer in this invention can be manufactured according to the following procedures. first, polyol and the superfluous poly isocyanate compound are reacted -- making -- end isocyanate radical (NCO) content urethane prepolymer [-- the [1st-step reaction] whose NCO content usually obtains 0.5 - 5%(% of the weight and the following -- the same)]. Next, a silane conversion urethane prepolymer is obtained by making mercapto alkoxysilane react to a part of end NCO of this end NCO content urethane prepolymer (usually 0.5 - 30%), and introducing the alkoxy silyl radical of hydrolysis nature [the 2nd-step reaction].

[0007] As the above-mentioned polyol, for example Ethylene glycol, propylene glycol, Diethylene glucol, dipropylene glycol, 1,3-butanediol, A glycerol, 1 and 2, 6-hexane triol, 1 and 1, 1-trimethylol propane, Pentaerythritol, sorbitol, The addition polymerization of the alkylene oxide is carried out to at least two active hydrogen radical content compounds into molecules, such as cane sugar. Polyether polyol obtained; in addition to this, polytetramethylene glycol (PTMG); polyester polyol; polybutadiene system polyol; acrylic polyol; polyolefine system polyol etc. is mentioned.

[0008] As the above-mentioned poly isocyanate compound, - diphenylmethane diisocyanate (MDI), or 2 and 4- or 2, and 6-toluylene di-isocyanate or such mixture, crude toluylene di-isocyanate, 4, and 4 '2, 4'-MDI or such mixture, crude diphenylmethane diisocyanate, cull BOJIDO denaturation diphenylmethane diisocyanate, dicyclohexylmethane diisocyanate, isophorone diisocyanate, hexamethylene di-isocyanate, etc. are mentioned, for example.

[0009] As the above-mentioned mercapto alkoxysilane, mercaptotrimethoxysilane, mercapto dimethoxymethylsilane, mercapto triethoxysilane, mercapto diethoxy methylsilane, etc. are mentioned, for example.

[0010] The above-mentioned castor oil system silane conversion urethane prepolymer in this invention can be manufactured by performing the 1st-step reaction and the 2nd-step reaction similarly in the manufacturing method of the above-mentioned silane conversion urethane prepolymer except including castor oil system polyol in a part of polyol [ at least ] (usually 10 - 100%) used for composition of an end NCO content urethane prepolymer. In this case, as castor oil system polyol to be used, it is a natural compound, for example and, generally a thing with about about 1000 molecular weight and 2-3 functional groups or its derivatives (alkylene oxide addition polymerization object etc.) are mentioned.

[0011] As a bulking agent in this invention, a calcium carbonate, a surface-preparation calcium carbonate, a pearlite, clay, talc, a barium sulfate, carbon black, vinyl chloride resin, balun, a silica, etc. are mentioned, for example. what is necessary is just to usually select the amount used in the range of the 100 to 300 section to the castor oil system silane conversion urethane prepolymer or silane conversion urethane prepolymer 100 section (the weight section and the following -- the same)

[0012] As a plasticizer in this invention, general-purpose plasticizers, such as phthalic ester (phthalic-

acid iso nonyl etc.) and fatty acid ester which are usually used, and other polyester systems; as a solvent, a xylene, toluene, ethyl acetate, butyl acetate, etc. are mentioned again, for example.

[0013] As a hardening accelerator catalyst in this invention, the third class amines, such as organic heavy metal compound; triethylenediamines, such as butyl CHINJI laurate, SUTANASUOKUTETO, acetoacetic-acid tin, bismuth OKUTETO, and a neo decanoic-acid bismuth, N-alkyl morpholine, and N-alkyl piperazine, etc. are mentioned, for example. What is necessary is just to usually select the amount used in 0.1 - 5% of range among the sealing material constituent whole quantity.

[0014] The 1 liquid type sealing material constituent concerning this invention consists of systems which blended the bulking agent, the plasticizer, the solvent, and the hardening accelerator catalyst with the above-mentioned castor oil system silane conversion urethane prepolymer. The 2 liquid type sealing material constituent concerning this invention consists of 2 liquid of the curing agent component which turns into a base resin component which consists of the above-mentioned silane conversion urethane prepolymer from the polyol (polyol here can be suitably chosen from the example of the polyol used for composition of said end NCO content urethane prepolymer) which contains the above-mentioned castor oil system polyol at 10 - 100% of a rate, a bulking agent, a plasticizer, a solvent, and a hardening accelerator catalyst. In this case, optimum dose addition of the castor oil system silane conversion urethane prepolymer may be carried out into a base resin component.

[0015] In addition, on the occasion of the actual activity of this this invention sealing material constituent, the rates of a compounding ratio with all suitable combination components (%) are enumerated below.

A 1 liquid type % castor oil system silane conversion urethane prepolymer 15-35 Bulking agent 30-60 Plasticizer 5-20 Solvent 0- 5 Hardening accelerator catalyst 0.1- 3 2 liquid type % base resin component: Silane conversion urethane prepolymer 15-35 Curing agent component: Polyol (castor oil system polyol is included) 20-40 Bulking agent 40-60 Plasticizer 0-40 Solvent 0- 5 Hardening accelerator catalyst Besides the combination component which takes 0.1-3, optimum dose combination of the usual antioxidant, coloring agents (titanium oxide, organic, or inorganic pigment), and the thixotropy agents (impalpable powder silica etc.) may be carried out if needed.

[0016]

[Example] Next, an example and the example of a comparison are given and this invention is explained more concretely.

Synthetic end NCO content urethane prepolymer [Takeda Chemical Industries, Ltd. make, "bamboo NETO L-1032", NCO content [ of 2.95% ], viscosity [ of 9800cps ] / 23-degree-C] 1000g of an example 1(1) silane conversion urethane prepolymer is supplied to a separable flask, carrying out nitrogen restoration. Temperature up is started with an oil bath and it adjusts to 50-55 degrees C. Mercapto dimethoxymethylsilane 20g is added over about 30 minutes with a dropping funnel. It is made to react at the above-mentioned temperature for 24 hours (a reaction terminal point is checked with the NCO% amount of reduction), and the silane conversion urethane prepolymer of the yellow transparence liquid of the viscosity of 12800cps / 20 degrees C, and 2.48% of NCO contents is obtained.

[0017] (2) preparation base resin component [ of a 2 liquid type sealing material constituent ]: -- silane conversion urethane prepolymer 1000g curing agent component: of the above (1) -- as polyol -- the product made from polypropylene-glycol [Asahi Glass Industry of OH \*\* 24 -- "EL851"] The product made from castor oil system polyol [Ito Oil Mill of 520g and OH \*\* 168, The decanoic-acid bismuth 5g above-mentioned component is measured, respectively. as a "you RIHHI H30" 80g bulking agent -- as 1000g of surface treatment calcium carbonates, and 500g solvent of whiting -- as a xylene 60g plasticizer -- a phthalic acid -- iso -- as a nonyl 450g hardening accelerator catalyst -- neo -- A base resin component / curing agent component = indirect desulfurization bubble stirring is carried out in planetary friend KISA at a rate of 1:3 (weight ratio) for 10 minutes, and a sealing material constituent is obtained.

[0018] In the 2 liquid type of example of comparison 1 example 1, a sealing material constituent is similarly prepared except omitting castor oil system polyol as polyol in a curing agent component, using "bamboo NETO L-1032" by Takeda Chemical Industries, Ltd. as a base resin component.

In the 2 liquid type of example of comparison 2 example 1, a sealing material constituent is similarly

prepared except omitting castor oil system polyol as polyol in a curing agent component.

In the 2 liquid type of example of comparison 3 example 1, a sealing material constituent is similarly prepared except using "bamboo NETO L-1032" by Takeda Chemical Industries, Ltd. as a base resin component.

[0019] A performance test i standard aluminum adherend front face is wiped with a solvent, and the primer after wipe is applied.

ii) The 2 liquid type sealing material constituent of the example 1 which carried out [ above-mentioned ] preparation, or the examples 1-3 of a comparison is applied to homogeneity in this spreading side so that it may become 3mm thickness, and hardening neglect is carried out by 20 degrees C and 60%RH for 168 hours.

iii) It is JIS after applying each exclusive primer before that, although the following next strikes, and the sealing material for splices (all Sunstar Research Institute, Inc. penguin seal series article of make) is moved and being inherited. This sealing material is moved and splice spreading is carried out so that it may become H mold test piece for tensile test according to A1439.

It strikes and he is a sealing material silicon system 2 liquid type sealing material for splices ("penguin seal #2520").

Silicon system 1 liquid type sealing material "\*\*\* #2505"

Modified silicone system 2 liquid type sealing material "\*\*\* #2500"

Polyisobutylene system 2 liquid type sealing material "\*\*\* #7000"

Polysulfide system 2 liquid type sealing material "\*\*\* #169"

Polyurethane system 2 liquid type sealing material "\*\*\* #9000"

[0020] iv) JIS What carried out hardening neglect of the H mold test piece for tensile test based on A1439 by RH 20 degrees C and 60% for 168 hours is struck, and is made into a splice sex-test piece, and an adhesive property, adhesive failure reinforcement, and destructive elongation are measured by the tension test (a part for 50mm/in rate). A result is shown in the following tables 1 and 2. In addition, inside of a table 2, CF: It strikes, the sealing material for splices Cohesive-failure AF: Strikes, and interface destructive CF/AF:mixing destruction of the sealing material for splices is shown.

[0021]

[A table 1]

表 1

	M50 (kg/cm <sup>2</sup> )				T <sub>max</sub> (kg/cm <sup>2</sup> )			
	実施例	比較例			実施例	比較例		
	1	1	2	3	1	1	2	3
#2520	1.1	1.1	1.1	1.1	6.0	2.0	5.8	3.9
#2505	2.4	1.0	2.1	2.1	5.8	2.1	6.4	4.8
#2500	1.6	1.0	1.5	未実施	5.9	2.8	5.1	未実施
#7000	1.5	0.8	0.8	1.4	5.5	1.9	2.2	5.9
# 169	1.6	1.3	1.4	1.4	6.0	3.8	6.1	6.1
#9000	1.1	1.1	1.1	1.1	7.9	7.3	7.1	7.3

[A table 2]

表 2

	E <sub>max</sub> (%)				破壊状態			
	実施例 1	比較例			実施例 1	比較例		
		1	2	3		1	2	3
#2520	1300	200	900	670	CF	AF	CF	CF/AF (40/60)
#2505	300	150	280	250	CF	AF	CF	CF/AF (60/40)
#2500	750	380	680	未実施	CF	AF	CF	未実施
#7000	415	250	340	730	CF	AF	CF/AF (30/70)	CF
# 169	890	480	580	800	CF	CF/AF (20/80)	CF/AF (50/50)	CF
#9000	800	690	780	815	CF	CF	CF	CF

[0022] Into mixture (polyoxypropylene glycol 500g with the example dyad amount 3000 and two functional groups, and castor oil system polyol ("you RIHHI H30") 200g of OH \*\* 168) Add toluylene di-isocyanate (TDI) 132g, and it is made to react at 80 degrees C for 3 hours. The castor oil system end NCO content urethane prepolymer (transparence liquid) of the viscosity of 28000cps / 20 degrees C, and 2.95% of NCO contents is obtained. Subsequently, carry out dropping termination, betting mercapto dimethoxymethylsilane 16.6g on this for 30 minutes, it is made to react at 80 degrees C for 24 hours, and the castor oil system silane conversion urethane prepolymer of the viscosity of 31000cps / 20 degrees C, and 2.50% of NCO contents is obtained. Next, phthalic-acid iso nonyl 500g is added to this castor oil system silane conversion urethane prepolymer as a plasticizer. After carrying out mixed stirring, 1000g of surface treatment calcium carbonates which carried out reduced pressure drying beforehand at 120 degrees C as a bulking agent, and 500g of whiting dried similarly are added. Furthermore mixed stirring is carried out, subsequently 100g of aliphatic series system solvents and a curing catalyst are added, a 1 liquid type sealing material constituent is prepared, the same performance test as said example 1 is presented, and a result is shown in a table 3.

[0023]

	M 5 O (kg/cm <sup>2</sup> )	T <sub>max</sub> (kg/cm <sup>2</sup> )	E <sub>max</sub> (%)	破壊状態
#2520	1.0	5.3	1100	CF
#2505	2.3	5.9	300	CF
#2500	1.6	5.9	615	CF
#7000	1.3	4.6	400	CF
# 169	1.1	5.1	725	CF
#9000	1.3	9.1	800	CF

[A table 3] A table 3

[0024] Put the viscosity of 12800cps manufactured in 1/(1) of example 3 examples / 20 degrees C, and silane conversion urethane prepolymer of 2.48% of NCO contents 1000g into planetary friend KISA, add castor oil system HORIORU ("you RIHHI H30") 100g to this, heat at 80 degrees C, it is made to

react for 3 hours, and the castor oil system silane conversion urethane prepolymer of the viscosity of 48000cps / 20 degrees C, and 1.3% of NCO contents is obtained. Next, a plasticizer, a bulking agent, an aliphatic series system solvent, and a curing catalyst are blended with this castor oil system silane conversion urethane prepolymer like an example 2, it considers as a 1 liquid type sealing material constituent, the still more nearly same performance test as said example 1 is presented, and a result is shown in tables 4 and 5.

[0025] Put example of comparison 4 end NCO content urethane prepolymer ("bamboo NETO L-1032") 1000g into planetary friend KISA, add castor oil system polyol ("you RIHHI H30") 100g to this, heat at 80 degrees C, it is made to react for 3 hours, and the castor oil system urethane prepolymer of the viscosity of 30000cps and 1.72% of NCO contents is obtained. Next, a plasticizer, a bulking agent, an aliphatic series system solvent, and a curing catalyst are blended with this castor oil system urethane prepolymer like an example 2, it considers as a 1 liquid type sealing material constituent, the still more nearly same performance test as said example 1 is presented, and a result is shown in tables 4 and 5.

[0026] A plasticizer, a bulking agent, an aliphatic series system solvent, and a curing catalyst are blended with silane conversion urethane prepolymer of viscosity [ of 12800cps ], and 2.48% of NCO contents 1000g manufactured in 1/(1) of example of comparison 5 examples like an example 2, it considers as a 1 liquid type sealing material constituent, the still more nearly same performance test as said example 1 is presented, and a result is shown in tables 4 and 5.

[0027]

	M 5 0 (kg/cm <sup>2</sup> )			T max(kg/cm <sup>2</sup> )		
	実施例 3	比較例		3	比較例	
		4	5		4	5
#2520	1.1	1.2	1.0	6.0	2.7	3.3
#2505	2.2	1.0	2.0	5.7	2.2	4.4
#2500	1.7	1.1	1.5	5.8	2.7	5.1
#7000	1.3	0.7	0.9	4.3	1.7	2.3
# 169	1.4	1.1	1.4	5.1	5.2	5.1
#9000	1.3	1.0	1.1	8.6	7.7	7.0

[A table 4] A table 4

	E max(%)			破壊状態		
	実施例 3	比較例		3	比較例	
		4	5		4	5
#2520	1250	350	600	CF	AF	CF/AF (35/65)
#2505	300	145	250	CF	AF	(40/60)
#2500	615	370	580	CF	AF	(50/50)
#7000	400	250	380	CF	AF	(30/70)
# 169	725	450	520	CF	CF/AF (30/70)	(50/50)
#9000	800	715	700	CF	CF	CF

[A table 5] A table 5

[Translation done.]